

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-1713

(43) 公開日 平成5年(1993)1月28日

(51) Int. Cl. ⁵
C01F 7/44識別記号 庁内整理番号
Z 9040-4G

FI

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数1 (全5頁)

(21) 出願番号 特願平3-193668

(22) 出願日 平成3年(1991)7月9日

(71) 出願人 000001144
工業技術院長

東京都千代田区霞が関1丁目3番1号

(74) 上記1名の指定代理人 工業技術院 名古屋工業技
術試験所長 (外3名)(71) 出願人 000006828
吉田工業株式会社

東京都千代田区神田和泉町1番地

(74) 上記1名の代理人 弁理士 小松 秀岳 (外2名
)(72) 発明者 芝崎 靖雄
愛知県名古屋市東区樺木町1-10

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 微細板状アルミナ粒子の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 塗料用顔料やセラミックス原料等に適した板
状アルミナ粒子を製造する方法に関する。【構成】 サブミクロンオーダーに粒度調整して水酸化
アルミニウム又はアルミナ水和物を水又はアルカリ水溶
液中で350℃以上200気圧以下に水熱処理する方法
である。【効果】 粒径のそろったサブミクロンオーダーの微細
な板状アルミナ粒子を得ることができる。

BEST AVAILABLE COPY

【特許請求の範囲】

【請求項1】 サブミクロンオーダーに粒度調整した水酸化アルミニウム又はアルミナ水和物を水又はアルカリ水溶液中で温度350℃以上、圧力200気圧以下に水熱処理することを特徴とする微細板状アルミナ粒子の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、塗料用顔料やセラミックス原料等に適した微細板状粒子を水熱処理により効率的に製造する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来より微細アルミナ粒子の製造方法としてはいろいろな方法が知られている。一般的にはボールミル等の機械的手段を用い粉砕することによりサブミクロンオーダーの微細アルミナ粒子を製造しているが、この場合、微細な粒子は得られるが、板状の微細な粒子を得ることはできない。又、アルミナ粒子の工業的な製造方法としては、バイヤー法によるものが知られているが、この方法を用いた場合、高純度のアルミナ粒子が得にくいとともに粒子の形状が粒状になりやすいという問題がある。

【0003】 板状アルミナ粒子の製造方法としては、例えば特公昭35-69777号公報に見られるように、仮焼工程で弗化アルミニウム等の鉍化剤を添加する方法が知られている。又、水熱合成法によるアルミナ粒子の製造方法としては、例えば特公昭37-7750号公報及び特公昭39-13465号公報に記載のものが知られている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 上記板状アルミナ粒子の製造方法のうち、鉍化剤を添加する方法は粒子の微細化および装置の寿命等の点で問題がある。又、水熱合成法の場合は、それらの公報中の記載から分かるように、粒子の大きさは数ミクロンから数百ミクロン程度であり、粒子の微細化の点で問題を有する。そこで、本発明は、サブミクロンオーダーの微細な板状アルミナ粒子を効率的に製造できる製造方法を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明は、サブミクロンオーダーに粒度調整した水酸化アルミニウム又はアルミナ水和物を水又はアルカリ水溶液中で温度350℃以上、圧力200気圧以下に水熱処理することを特徴とする微細板状アルミナ粒子の製造方法である。

【0006】 本発明は、出発原料として水酸化アルミニウム又はペーナイト等のアルミナ水和物をあらかじめボールミル等で粉砕してサブミクロンオーダーに粒度調整したものをを用い、これを水又は苛性ソーダ、炭酸ソーダ等のアルカリ水溶液とともに密閉オートクレーブ中に充

填し、高温、高圧にて水熱処理することにより行われる。出発原料である水酸化アルミニウム又はアルミナ水和物をサブミクロンオーダーに粒度調整することは、最終アルミナ粒子の寸法をサブミクロンオーダーに揃えるために必要である。温度、圧力の条件に関しては、 $Al_2O_3-H_2O$ 系状態図で、 α -アルミナの安定な領域でなければならない。温度を350℃以上と限定する理由は、350℃未満では α -アルミナを得ることができないためである。特に上限については限定していないが、装置に係るもので、経済性を考慮した範囲内が好ましく、高温ほど α -アルミナの生成速度は大きく、短時間で微細な粒子が得られ、低温ほど α -アルミナの生成速度は小さく、長時間の処理を必要とするため粗大な粒子となる。なおいずれにおいても粒子形状は板状である。又、圧力を200気圧以下と限定する理由は200気圧を越える圧力では、得られる粒子の形状が肉厚の大きな粗大なものとなるためである。又、下限については、当然開放系では水熱系が成り立たないので、好ましくは50気圧以上がよい。

【0007】 本発明の製造方法により、結晶形が六方晶形で特定の結晶面が平板状に成長した微細な α -アルミナ粒子を得ることができる。さらに、この粒子は対角長1 μm 未満、厚さ0.1 μm 未満のものとすることができる。かかる α -アルミナ粒子は塗料用顔料、セラミックスの成形分野において、可塑性を有するアルミナ原料等として使用できる。

【0008】

【実施例】 以下、実施例に基づいて本発明を具体的に説明する。バイヤー法によって得た水酸化アルミニウムをボールミルにて中心径0.7 μm に粒度調整したもの10gに、所定量の純水を加えてスラリーを作成し、これを小型オートクレーブに充填し、各加熱温度、圧力200kg/cm²にて水熱処理を行った。処理後の生成物を水洗、濾過、乾燥してアルミナ粉末を得、これを試料として平均粒子径と水熱処理温度との関係を調べた。なお、上記において純水の量を所定量としたのは、温度および圧力の条件によってその量が異なるためである。

【0009】 平均粒子径は、粒度分布測定および走査型電子顕微鏡観察することにより測定した。その測定結果を図1に示す。

【0010】 図1から、水熱処理（水熱合成法）で生成される α - Al_2O_3 粒子の生成温度に対する平均粒子径の傾向は高温側ほど小さく、低温側ほど大きくなる傾向を示すことが分かる。粒子の厚みについても平均粒子径と同様であった。

【0011】 又、バイヤー法によって得た水酸化アルミニウムをボールミルにて中心径0.7 μm に粒度調整したもの10gに、所定量の純水を加えてスラリーを作成し、これを小型オートクレーブに充填し、加熱温度500℃、容器内の圧力が常圧から約600kg/cm²ま

3

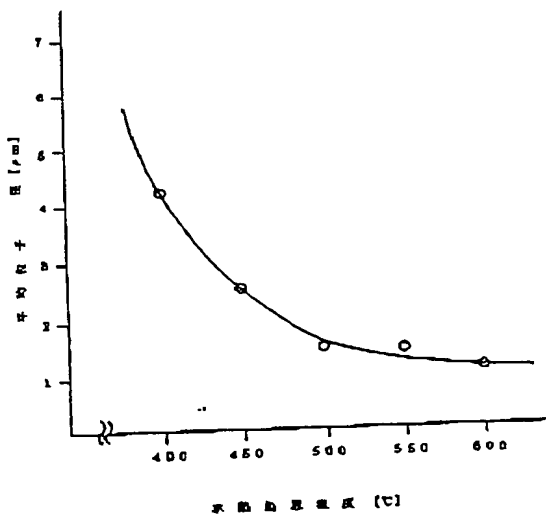
で変化させ、水熱処理を行った。処理後の生成物を水洗、濾過、乾燥してアルミナ粉末を得、これを試料として平均粒子径と水熱処理圧力との関係を調べた。結果を図2に示す。

【0012】図2から、水熱処理（水熱合成法）で生成される α -Al₂O₃粒子の生成圧力に対する平均粒子径の傾向は、圧力が低いほど微細な粒子になり、逆に圧力が高いほど粗大な粒子になる傾向を示すことが分かる。粒子の厚みについても平均粒子径と同様であった。

【0013】以上のことから、温度350℃以上、圧力200気圧以下の条件で水熱処理することにより、微細な板状アルミナ（ α -Al₂O₃）粒子を得ることが分かる。

【0014】さらに、バイヤー法による水酸化アルミニウムをボールミルにて中心径0.7 μ mに粒度調整を行ったものを10g所定量のアルカリ水溶液でスラリーを作成し、これを小型オートクレーブに充填し、温度600℃、圧力200気圧にて2時間水熱処理を行った。処理後の生成物を水洗、濾過、乾燥してアルミナ粉末を得た。このアルミナ粉末の電子顕微鏡写真を図3に示す。

【図1】



4

図3から、本発明に係るアルミナ粉末は、粒径の揃った大きさが約1.0 μ m弱、厚さが約0.1 μ mであることが分かるとともに、結晶形が六方晶形で特定の結晶面が平板状に成長した微細な板状アルミナ（ α -Al₂O₃）粒子であることが分かる。

【0015】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、粒径のそろったサブミクロンオーダーの微細な板状アルミナ粒子を得ることができるとともに、この粒子は塗料用の顔料、セラミックスの成形分野において、可塑性を有するアルミナ原料などとして利用でき、産業上の種々の用途に優れた効果を発揮する。

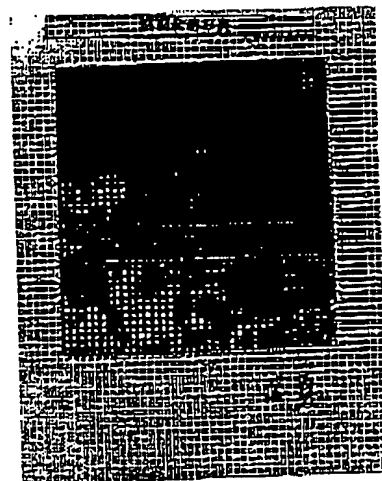
【図面の簡単な説明】

【図1】水熱処理温度と得られるアルミナの平均粒子径との関係を示すグラフである。

【図2】水熱処理圧力と得られるアルミナの平均粒子径との関係を示すグラフである。

【図3】本発明の実施例で得られたアルミナの粒子構造を示す電子顕微鏡写真である。

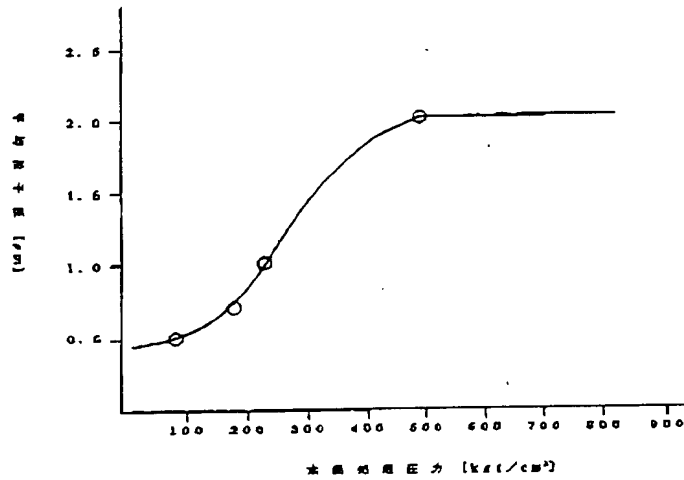
【図3】



(4)

特開平5-17132

【図2】



【手続補正書】

【提出日】平成4年7月1日

【手続補正1】

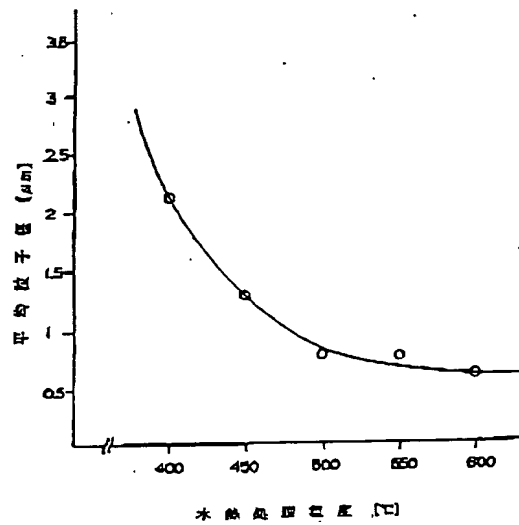
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図1

【補正方法】変更

【補正内容】

【図1】



フロントページの続き

- (12)発明者 小田 喜一
愛知県名古屋市中東区平和が丘1-70
(12)発明者 福田 雄史
富山県黒部市中新403-3